

(11)Publication number:

09-202671

(43) Date of publication of application: 05.08.1997

(51)Int.CI.

CO4B 38/00 B01D 53/94 B01J 27/224 B01J 35/04 B28B 3/26 CO4B 35/565

(21)Application number : **08-032779** 

(71)Applicant: IBIDEN CO LTD

(22)Date of filing:

25.01.1996

(72)Inventor: FUJISAWA MITSURU

YAMAMURA NORIHIKO

SHIMADO KOJI

# (54) PRODUCTION OF SILICON CARBIDE-BASED HONEYCOMB FILTER

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for producing a silicon carbide-based honeycomb filter, good in economical efficiency, having a low air permeation resistance and hardly leaking particulates.

SOLUTION: A raw material mixture prepared by blending and mixing 100 pts.wt. "type silicon carbide powder having 0.3-50,, m average particle diameter with 5-65 pts.wt. " type silicon carbide powder having 0.1-1.0,, m average particle diameter, a binder for forming and a dispersion medium liquid is formed into a honeycomb filter shape having 0.05-1.0mm cell wall thickness according to an extrusion molding method. The resultant formed compact is then baked in a nonoxidizing atmosphere to recrystallize the ,, type silicon carbide powder.

### **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

07.11.2002

[Date of sending the examiner's decision of

rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's

(19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

## 特開平9-202671

(43)公開日 平成9年(1997)8月5日

304	審查請求	C 0 4 B B 0 1 J B 2 8 B B 0 1 D 未請求 請	27/224 35/04 3/26 53/36		304Z Z 301C A	
3 0 1	審査請求	B 2 8 B B 0 1 D	35/04 3/26 53/36		301C A	
3 0 1	審査請求	B01D	3/26 53/36		Α	
3 0 1	審查請求	B01D	53/36			
	審查請求				103C	
	審查請求	推 少链头	砂暗の粉り			
		Nethers 183	4-24-23X E	FD	(全 3 頁)	最終頁に続く
<b>持顧平8-3277</b> 9		(71) 出廊	人 000000	158		
			イビデ	ン株式会	会社	
平成8年(1996)1月25日			岐阜県:	大垣市神	#田町2丁目	1番地
		(72)発明	者 藤沢	充		
			<b>岐阜県</b>	骨斐郡技	聲 川町北方	1-1 イビデ
			ン株式	会社大组	<b>国北工場内</b>	
		. (72)発明	者 山村	的途		
			岐阜県	母斐郡技	母斐川町北方	1-1 イピデ
•			ン株式	会社大组	<b>恒北工場内</b>	
		(72)発明		•		
			岐阜県	量斐郡拉	身斐川町北方	1-1 イビデ
			ン株式	会社大组		
		(74)代理	人 弁理士	安富	康男(外	1名)
			平成8年(1996)1月25日 (72)発明 (72)発明 (72)発明	イビデ (72)発明者 藤沢 (72)発明者 藤沢 (72)発明者 山村 (72)発明者 山村 (72)発明者 山村 (72)発明者 島戸 (72)発明者 島戸 (73)発明者 島戸 (74)	平成8年(1996)1月25日 (72)発明者 藤沢 充 岐阜県貴叟郡 ン株式会社大 (72)発明者 山村 範彦 岐阜県揖斐郡 ン株式会社大 (72)発明者 島戸 幸二 岐阜県揖斐郡 ン株式会社大 (72)発明者 島戸 幸二 岐阜県揖斐郡 ン株式会社大 (72)発明者 島戸 幸二 岐阜県揖斐郡 ン株式会社大	イビデン株式会社 岐阜県大垣市神田町2丁目 (72)発明者 藤沢 充 岐阜県揖斐郡揖斐川町北方 ン株式会社大垣北工場内 (72)発明者 山村 範彦 岐阜県揖斐郡揖斐川町北方 ン株式会社大垣北工場内 (72)発明者 島戸 幸二 岐阜県揖斐郡揖斐川町北方 ン株式会社大垣北工場内

### (54) 【発明の名称】 炭化珪素質ハニカムフィルタの製造方法

### (57)【要約】

【課題】 経済性がよく、通気抵抗が小さく、かつ、パティキュレートが洩れ難い炭化珪素質ハニカムフィルタの製造方法を提供する。

【解決手段】 平均粒径が0.3~50μmのα型炭化珪素粉末100重量部に対し、平均粒径が0.1~1.0μmのβ型炭化珪素粉末を5~65重量部と成形用バインダーと分散媒液とを配合し混合した原料組成物を押し出し成形法により、セル壁の厚さが0.05~1.0mmのハニカムフィルタ形状に成形した後、非酸化性雰囲気中で焼成しβ型炭化珪素粉末を再結晶せしめる炭化珪素質ハニカムフィルタの製造方法。

### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 平均粒径が0.3~50μmのα型炭化 珪素粉末100重量部に対し、平均粒径が0.1~1. 0μmのβ型炭化珪素粉末を5~65重量部と成形用バインダーと分散媒液とを配合し混合した原料組成物を押し出し成形法により、セル壁の厚さが0.05~1.0 mmのハニカムフィルタ形状に成形した後、非酸化性雰囲気中で焼成しβ型炭化珪素粉末を再結晶せしめることを特徴とする炭化珪素質ハニカムフィルタの製造方法。 【請求項2】 炭化珪素質ハニカムフィルタは、平均気 10 孔径が1~40μm、セル壁の厚さが0.05~1.0

【発明の詳細な説明】

[0001]

の製造方法。

【発明の属する技術分野】本発明は、濾過性能の優れた 炭化珪素質ハニカムフィルタの製造方法に関する。

mmである請求項 1 記載の炭化珪素質ハニカムフィルタ

[0002]

【従来の技術】ディーゼルエンジン等の内燃機関から排出される排気ガス中のパティキュレート(粒子状物質)を浄化するために、セラミックフィルタが用いられている。近年、このセラミックフィルタとして、耐熱性、熱伝導性に優れた多孔質の炭化珪素焼結体が用いられている。

【0003】特開平4-187578号公報には、セラミックフィルタに用いることができる多孔質炭化珪素焼結体の製造方法として、6型炭化珪素粉末から成形体を成形し、その成形体を焼成する多孔質炭化珪素粉末が、平均粒径0.301~1.0μmのβ型炭化珪素粉末100重量部に対し、平均粒径0.3~50μmのα型炭化珪素粉末を5~50重量部配合する多孔質炭化珪素焼結体の製造方法が開示されている。

【0004】しかしながら、8型炭化珪素粉末を多量に使用する上記の方法で製造されたセラミックフィルタは、8型炭化珪素粉末が高価であることからセラミックフィルタ自体が高価になるばかりでなく、8型炭化珪素粉末は、焼結時に板状の結晶粒を生成するため比較的気孔径が大きくなり易く、比較的通気抵抗の小さいフィルタを製造することができるが、均一で微細な気孔径分布のフィルタを得ることが困難で、パティキュレートが洩れやすいという問題点を有していた。

[0005]

【発明が解決しようとする課題】本発明は、これらの問題を対決するためになされたもので、経済性がよく、通気抵抗が小さく、かつ、パティキュレートが洩れ難い炭化珪素質ハニカムフィルタの製造方法を提供することを目的とするものである。

[0006]

【課題を解決するための手段】本発明によれば、平均粒径が0.  $3\sim50\mu$ mの $\alpha$ 型炭化珪素粉末100重量部に対し、平均粒径が0.  $1\sim1$ .  $0\mu$ mの $\beta$ 型炭化珪素粉末を $5\sim65$ 重量部と成形用パインダーと分散媒液とを配合し混合した原料組成物を押し出し成形法により、セル壁の厚さが0.  $05\sim1$ . 0mmのハニカムフィルタ形状に成形した後、非酸化性雰囲気中で焼成し $\beta$ 型炭化珪素粉末を再結晶せしめることを特徴とする炭化珪素質ハニカムフィルタの製造方法により上記目的を達成することができる。炭化珪素質ハニカムフィルタは、平均気孔径が $1\sim40\mu$ m、セル壁の厚さが0.  $05\sim1$ . 0mmである。

【0007】 α型炭化珪素粉末として平均粒径が0.3 ~50μmのものを使用する理由は、平均粒径が0.3 ~50μmのα型炭化珪素粉末を使用することによって、通気抵抗が小さく、かつ、パティキュレートが洩れ難い炭化珪素質ハニカムフィルタを得ることができるからであり、β型炭化珪素粉末として平均粒径が0.1~1.0μmのものを使用する理由は、平均粒径が0.1 ~1.0μmのβ型炭化珪素粉末は再結晶し易く、極めて効果的にα型炭化珪素粉末を高密度化させることなく相互に結合することができるからである。

【0008】また、α型炭化珪素粉末100重量部に対し、平均粒径が0.1~1.0μmの炭化珪素粉末を5~65重量部配合した原料炭化珪素粉末を使用する理由は、α型炭化珪素粉末は、高温安定型の結晶であり、焼結時における粒成長が殆ど生じず焼結しがたいが、比較的粒径の大きなα型炭化珪素粉末100重量部に粒径の小さいβ型炭化珪素粉末を5~65重量部の割合で配合して焼結することにより、α型炭化珪素粉末の粒子間に存在するβ型炭化珪素粉末が再結晶し、α型炭化珪素粉末粒子間にネックを成長させるため、ハニカムフィルタを高密度化させることなく、α型炭化珪素粉末粒子を相互に結合することができるからである。

【0009】本発明において、上記原料炭化珪素粉末には、成形用パインダー及び分散媒液が配合される。これらを配合することにより、スラリー状の原料組成物を調製する。

【0010】上記成形用バインダーとしては特に限定されず、例えば、メチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ピドロキシエチルセルロース、ポリエチレングリコール、フェノール樹脂、エポキシ樹脂等を挙げることができる。

【0011】上記成形用バインダーの配合割合は、原料炭化珪素粉末100重量部に対し、1~10重量部が好ましい。1重量部未満であると、得られる炭化珪素質ハニカムフィルタの強度が不充分となり、10重量部を超えると、バインダー除去時に得られる炭化珪素質ハニカムフィルタにクラックが発生し易くなる。

50 【0012】上記分散媒液としては特に限定されず、例

えば、ベンゼン等の有機溶剤;メタノール等のアルコー ル:水等を挙げることができ、その配合量は原料組成物 のスラリーの粘度に応じて調整される。

【0013】上記原料組成物は、アトライター等で混合 された後、ニーダー等で充分に混練して調製され、押し 出し成形法によってセル壁の厚さが0.05~1.0m mのハニカムフィルタ形状に成形される。セル壁の厚さ が0.05mm未満であると、得られる炭化珪素質ハニ カムフィルタの機械的強度が不充分となり、1.0mm を超えると、経済的に不利であるばかりでなく、圧力損 10 た。 失が大きくフィルタの機能上問題が生じるので、上記範 囲に限定される。上記成形体が充分に乾燥した後、焼成 時の熱によって炭素質物質が燃焼し消失するのを防止す るために非酸化性雰囲気中で焼成し、β型炭化珪素粉末 を再結晶することにより、炭化珪素質ハニカムフィルタ が製造される。

【0014】上記焼成温度は、1500~2300℃で あることが好ましい。1500℃未満であると、炭化珪 素粉末の粒成長速度が遅く、粒子間の接触部位における タの強度が低く、2300℃を超えると、炭化珪素の昇 華が著しくなり得られる炭化珪素質ハニカムフィルタの 機械的強度が低くなる。

【0015】上記方法により得られる炭化珪素質ハニカ ムフィルタは、平均気孔径が1~40μm、セル壁の厚 さが0.05~1.0mmであるものが好ましい。平均 気孔径が1μm未満であると、得られる炭化珪素質ハニ カムフィルタの通気抵抗が大きくなり、40μmを超え ると、パティキュレートが洩れ易くなる。

【0016】本発明の炭化珪素質ハニカムフィルタの製 30 造方法は、上述の構成よりなるので、得られる炭化珪素 質ハニカムフィルタは、従来のものと比較して、気孔径 が小さく均一であり、通気抵抗が小さく、かつ、パティ キュレートが洩れ難いものである。

[0017]

【実施例】以下に実施例を掲げて本発明を更に詳しく説\*

\*明するが、本発明はこれら実施例のみに限定されるもの ではない。

#### 【0018】実施例1

平均粒径約30μmのα型炭化珪素粉末70重量部、平 均粒径約0.28μmのβ型炭化珪素粉末30重量部、 メチルセルロース5重量部、分散剤4重量部、、水20 重量部を配合して均一に混合し、原料組成物を調製し た。この原料組成物を押出成形機に充填し、押出速度2 cm/分にてハニカム成形体を成形し、熱風乾燥を行っ

【0019】乾燥が完了した成形体を焼成炉内に移すと ともに、1気圧のアルゴンガス雰囲気下、昇温速度5℃ /分にて加熱を開始し、2150℃まで昇温し、1時間 焼成を行い、ハニカム状の多孔質炭化珪素焼結体を得 た。ハニカム状の多孔質炭化珪素焼結体は、円柱形状 で、その直径は140mm、長さは140mm、各孔を 形成するセル壁の厚さは0.45mm、孔数は170個 **/平方インチとした。** 

【0020】との焼結体の一部を切り出し、水銀圧入法 焼結が不充分となり得られる炭化珪素質ハニカムフィル 20 による平均気孔径の測定を行ったところ、12μmであ った。また、この焼結体の単位面積当たりの圧力損失の 測定を行ったところ、空気流速0.01m/secのと き10mmAgであった。

#### 【0021】比較例1

平均粒径約30μmのα型炭化珪素粉末10重量部、平 均粒径約0.28μmのβ型炭化珪素粉末90重量部と した以外は、実施例1と同様に行った。この焼結体の平 均気孔径は、7 μmであった。また、この焼結体の単位 面積当たりの圧力損失は、空気流速0.01m/sec のとき6mmAgであった。

#### [0022]

【発明の効果】本発明の炭化珪素質ハニカムフィルタの 製造方法は、上述のとおりであるので、経済性がよく、 通気抵抗が小さく、かつ、パティキュレートが洩れ難い ハニカムフィルタを製造することができる。

フロントページの続き

(51) Int.C7.6

識別記号 庁内整理番号 FΙ

技術表示箇所

C 0 4 B 35/56

101Y

C 0 4 B 35/565